

Сероводород, меркаптановая сера и карбонилсульфид. UOP 212

Методика определения содержания сероводорода, меркаптановой серы и карбонилсульфида в сжиженных газах на титраторах АТ производства компании Киото Электроникс согласно UOP 212.

1. Перечень необходимого оборудования

- Титратор АТ-700, АТ-500N, АТ-510 или АТ-610 производства компании Киото Электроникс (далее - КЕМ);
- Электрод аргентитный;
- Стеклоанный стакан 250 мл + тонкая (пищевая) полиэтиленовая пленка
или ячейка для титрования 7004090 (производства КЕМ);
- Пробоотборный цилиндр;
- Регулировочный вентиль;
- Стальной стакан, 2 л, 9 013 616;
- Регулятор температуры MC242, Thermo Scientific – 2 шт. (для стального стакана и пробоотборника);
- Нагревательная лента, Z601969 – 2 шт. (для стального стакана и пробоотборника);
- Термометр;
- Головка склянки Дрекселя 250 мл, MF28/3/250/SC – 2 шт.;
- Склянка Дрекселя 250 мл, MF29/3/250 – 2 шт.;
- Головка склянки Дрекселя 125 мл, MF48/13/125 – 1 шт.;
- Склянка Дрекселя 125 мл, MF29/3/125 – 1 шт.;
- Ротаметр 0-2 л/мин Gilmont, Z224375;
- Газовый счетчик Ritter, TG05 mod 4;
- Штатив (для пробоотборного цилиндра, регулировочного вентиля, термометра);
- Штатив (для ротаметра);
- Держатели к штативам (для пробоотборного цилиндра, регулировочного вентиля, термометра, ротаметра) – 4 шт.;

- Секундомер (для калибровки ротаметра);
- Силиконовый шланг;
- Металлическая трубка для газа;
- Баллон с азотом;
- Весы (для взвешивания пробоотборника).

2. Перечень необходимых реактивов

См. UOP 212.

3. Порядок работы

3.1. Сборка установки для поглощения сероводорода, меркаптанов и карбонилсульфида сжиженного газа

Соберите установку согласно рис. 1.

На штатив устанавливают пробоотборник с отобранным образцом сжиженного газа.

Следует сделать 6-8 витков стальной трубки при ее прохождении через стальной стакан (рис. 3).

Склянки для поглощения устанавливаются следующим образом (рис. 4). Рекомендуется закрыть склянку для карбонилсульфида материей черного цвета во избежание окисления карбонилсульфида.

3.2. Установка температуры воды в стальном стакане.

Наливают воду в стальной стакан. Включают нагревательную ленту, и воду в стакане нагревают до 38...42 °C (рис. 5).

3.3. Калибровка ротаметра

Осторожно открывают регулировочный вентиль на минимальное значение, при котором стрелка газового счетчика еще двигается. Добиваются стабильности расхода газа. Если это невозможно, то к нижней части пробоотборника присоединяют нагревательную ленту, соединенную с регулятором температуры. Увеличивают обогрев пробоотборника до исчезновения конденсата на внешней поверхности пробоотборника (не более).

Калибровка ротаметра производится по газовому счетчику. Ниже приведен образец калибровочного графика, представляющий собой зависимость показаний ротаметра от

расхода пропускаемого газа (в л/мин). Калибровка производится следующим образом.

Силиконовый шланг присоединяют от конца стальной трубки до входа в ротаметр напрямую, минуя систему склянок. Берут 3...5 равномерно распределенных по диапазону (0...100 единиц) значений показаний ротаметра. Устанавливают стабильный расход газа, соответствующий каждому из выбранных на ротаметре значений. Газ пропускают через линию в течение 1 мин (удобно использовать секундомер), после чего записывается объем прошедшего газа. Строится калибровочная кривая. С учетом того, что максимальным значением расхода газа, безопасным для работы, является 0,5 л/мин, рабочее значение расхода в дальнейшем устанавливается примерно на 10% ниже показания ротаметра, соответствующего 0,5 л/мин. По завершении калибровки систему склянок присоединяют обратно.

3.4. Поглощение компонентов газа.

На весах взвешивают пробоотборник с отобраным образцом сжиженного газа. Записывают результат. Устанавливают пробоотборник на штатив и присоединяют к собранной системе.

В склянки помещают соответствующие поглотительные растворы.

Осторожно открывают регулировочный вентиль и начинают пропускать через систему анализируемый газ. В склянках наблюдается прохождение пузырьков газа (рис. 8). Добиваются стабильности расхода газа при определенном при калибровке значении.

Проводят поглощение целевых компонентов в течение требуемого времени (рассчитанного исходя из значения расхода газа и требуемого объема газа). По завершении процесса поглощения отсоединяют пробоотборник и взвешивают его на весах. Находят разность масс пробоотборника до и после поглощения (в дальнейшем подставляется в формулы для расчета содержания целевых компонентов).

3.3. Титрование полученных растворов.

В качестве титрационной ячейки рекомендуется применять герметичную ячейку для титрования 7004090 (производства

Киото Электроникс) для снижения степени окисления анализируемых компонентов кислородом воздуха.

Рис. 9. Герметичная титрационная ячейка.

При этом необходимо добавить в ячейку раствор для титрования, закрыть ячейку крышкой, продуть раствор азотом в течение 20 с, после чего запустить титрование. В крайнем случае допустимо использовать стеклянный стакан на 250 мл, накрытый пищевой полиэтиленовой пленкой с проделанной в ней отверстиями для электродов и дозирующего наконечника.

Соберите титратор, залейте раствор в ячейку согласно методике UOP 212 и запустите процесс титрования. Сначала проводится определение титра титранта, затем титруется раствор с поглощенным карбонилсульфидом (сразу после завершения процесса поглощения во избежание окисления карбонилсульфида), а затем – раствор с сероводородом и меркаптановой серой (необходимо провести это титрование в тот же день).

Примечание: Если в результате титрования точка перегиба не зарегистрирована, а после титрования наблюдается характерный желтый осадок, то объем титранта слишком мал, если же наблюдается темно-коричневый осадок, то объем титранта слишком велик.

6. Методы для установки в память титратора.

См. п. 3 КИТ.

Для определения карбонилсульфида, сероводородной и меркаптановой серы по методу UOP 212 (см. примеры в табл. 2):

№ 4 - "S-TITR" - определение титра титранта;

№ 5 - "S-COS" - определение содержания карбонилсульфида;

№ 6 - "S-H₂S" – определение содержания сероводорода и меркаптанов.

№ 7 - "S-w/oH₂S" – определение содержания меркаптанов.